

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

①2 Off nlegungsschrift  
①1 DE 3543500 A1

②1 Aktenzeichen: P 35 43 500.3  
②2 Anmeldetag: 10. 12. 85  
②3 Offenlegungstag: 11. 6. 87

124 pp 25  
A01N 37/16+M

⑤1 Int. Cl. 4:  
C07C 179/133

D 06 L 3/02  
C 11 D 3/395  
A 01 N 37/10  
A 01 N 37/02  
A 01 N 43/40

DE 3543500 A1

⑦1 Anmelder:

⑦2 Erfinder:

No	références, formules, pages à photocopier, etc	No	classement
3	(A01N 37/16, 37/16, 37/10, 25/22)	1	124 pp 25
4	(A01N 59/00, 37/16, 37/10, 25/22)	2	INF 124 pp 222B
5	en entier	3	A01N 37/16+M
		4	A01N 59/00+M
		5	C11D 3/39H

BEST AVAILABLE COPY

Berlin  
C07C 179/133

Modèle 350

19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift  
11 DE 3543500 A1

21 Aktenzeichen: P 35 43 500.3  
22 Anmeldetag: 10. 12. 85  
43 Offenlegungstag: 11. 6. 87

124 pp 2 S  
51 Int. Cl. 4:  
C 07 C 179/133

D 06 L 3/02  
C 11 D 3/395  
A 01 N 37/10  
A 01 N 37/02  
A 01 N 43/40

DE 3543500 A1

71 Anmelder:

Schülke & Mayr GmbH, 2000 Norderstedt, DE

74 Vertreter:

Frhr. von Uexküll, J., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Graf zu Stolberg-Wernigerode, U., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Suchantke, J., Dipl.-Ing.; Huber, A., Dipl.-Ing.; von Kameke, A., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 2000 Hamburg

72 Erfinder:

Beilfuß, Wolfgang, Dr., 2000 Hamburg, DE; Diehl, Karl-Heinz, 2000 Norderstedt, DE

inf 124 pp 2 D 2 B

JOC

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Wäßrige Lösung aromatischer Percarbonsäuren und deren Verwendung

Die Erfindung betrifft eine wäßrige Lösung aromatischer Percarbonsäuren, die stabilisiert ist mit

- a) mindestens der gleichen Menge der dieser Percarbonsäure entsprechenden aromatischen Carbonsäure und
  - b) i) einer mit einem Überschuß an  $H_2O_2$  stabilisierten wäßrigen Perglutarsäurelösung und/oder
  - ii) einer 10- bis 60%igen  $H_2O_2$ -Lösung,
- sowie deren Verwendung als Desinfektions-, Oxidations- und/oder Bleichmittel.

DE 3543500 A1

Beri  
C 07 C 179/133

## Patentansprüche

## 1. Wäßrige Lösung aromatischer Percarbonsäuren, stabilisiert mit

a) mindestens der gleichen Menge der dieser Percarbonsäure entsprechenden aromatischen Carbonsäure und

- i) einer mit einem Überschuß an  $H_2O_2$  stabilisierten wäßrigen Perglutarsäurelösung und/oder  
ii) einer 10- bis 60%igen  $H_2O_2$ -Lösung.

2. Percarbonsäurelösung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie 0,001 bis 2 Gew.-% aromatische Percarbonsäure und 0,001 bis 2 Gew.-% der entsprechenden aromatischen Carbonsäure sowie 5 bis 35 Gew.-% einer wäßrigen, mit einem Überschuß von  $H_2O_2$  stabilisierten Perglutarsäure enthält.

3. Percarbonsäurelösung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie 0,05 bis 0,5% aromatische Percarbonsäure und 0,05 bis 1 Gew.-% der entsprechenden aromatischen Carbonsäure und 10 bis 20 Gew.-% einer wäßrigen mit einem Überschuß von  $H_2O_2$  stabilisierten Perglutarsäure enthält.

4. Percarbonsäurelösung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie 0,001 bis 0,5 Gew.-% aromatische Percarbonsäure und 0,001 bis 0,5 Gew.-% aromatische Carbonsäure und eine 10- bis 60-%ige  $H_2O_2$ -Lösung enthält.

5. Percarbonsäurelösung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie 0,01 bis 0,2 Gew.-% aromatische Percarbonsäure und 0,01 bis 0,5 Gew.-% aromatische Carbonsäure und eine 20- bis 35-%ige  $H_2O_2$ -Lösung enthält.

6. Percarbonsäurelösung nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie als aromatische Percarbonsäure Perbenzoesäure und als entsprechende aromatische Carbonsäure Benzoesäure enthält.

7. Percarbonsäurelösung nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie als stabilisierte aromatische Percarbonsäure das Umsetzungsprodukt enthält, das durch Versetzen des aromatischen Carbonsäureanhydrids und gegebenenfalls des Glutarsäureanhydrids mit einem Überschuß an 10- bis 60-%iger  $H_2O_2$ -Lösung erhältlich ist.

8. Percarbonsäurelösung nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Stabilisierungsmittel Harnstoff oder Pyridin-2,3- und/oder Pyridin-2,6-dicarbonsäure enthält.

9. Percarbonsäurelösung nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie oxidationsbeständige organische oder anorganische Säuren bzw. deren Persäuren in Mengen bis zu 5 Gew.-% enthält.

10. Percarbonsäurelösung nach Anspruch 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß sie außerdem ein Tensid enthält.

11. Die Verwendung der Lösung nach Anspruch 1 bis 10 als Desinfektions-, Oxidations- und/oder Bleichmittel.

## Beschreibung

Gegenstand der Erfindung ist eine wäßrige Lösung aromatischer Percarbonsäuren, die mit mindestens der gleichen Menge der dieser Percarbonsäure entsprechenden aromatischen Carbonsäure und mit einer durch überschüssiges  $H_2O_2$  stabilisierten wäßrigen Perglutarsäurelösung und/oder einer 10- bis 60-%igen  $H_2O_2$ -Lösung stabilisiert ist, sowie ferner deren Verwendung als Desinfektions- oder Bleichmittel.

Aromatische Percarbonsäuren sind als hoch wirksame Biozide mit breitem Wirkungsspektrum und als Bleich- und Oxidationsmittel aus der DE-OS 26 53 738 und DE-AS 12 89 815 bekannt. Sie können nach Ullmann (4. Aufl.) Bd. 17, S. 669 aus den Carbonsäuren und Wasserstoffperoxid oder aus aktivierten Carbonsäurederivaten wie z. B. Carbonsäureanhydriden und  $H_2O_2$  in wäßriger Lösung hergestellt werden.

In der Praxis werden aromatische Percarbonsäuren jedoch kaum eingesetzt, weil ihre Löslichkeit in Wasser basierten Formulierungen zu gering ist und die Stabilität in wäßrigen Lösungen nicht befriedigend ist. Aromatische Percarbonsäuren sind in fester Form mit Ausnahme der Perbenzoesäure zwar hinreichend stabil, lassen sich jedoch praktisch wegen der geringen Löslichkeit und Lösungsgeschwindigkeit in flüssigen Anwendungsformeln kaum einsetzen. Man hat zwar gemäß DE-AS 12 89 815 versucht, aromatische Percarbonsäuren in wäßrigen Bleichmittellösungen einzusetzen, die tert.-Butylalkohol und Wasser im Verhältnis von 1 : 1 enthielten; jedoch sind diese Lösungen wegen ihres Geruches, der Flüchtigkeit des in verhältnismäßig hoher Konzentration vorliegenden tert.-Alkohols und wegen ihres niedrigen Flammpunktes ungeeignet. Ferner ist es gemäß DE-OS 26 53 735 bekannt, substituierte aromatische Percarbonsäuren als gesättigte wäßrige Lösungen mit Bodenkörper als Desinfektionsmittel einzusetzen; auch diese Lösungen haben sich in der Praxis nicht durchgesetzt, da die Percarbonsäuren selbst unter diesen Bedingungen nicht hinreichend stabil sind.

Letztlich ist es aus der DE-PS 27 01 133 bekannt, feste Mischungen aus einem aktivierten aromatischen Carbonsäurederivat wie beispielsweise einem Carbonsäureester und einem  $H_2O_2$ -Depot wie beispielsweise Natriumpercarbonat nebst weiteren für die Lagerstabilität erforderlichen Zusatzstoffen als Desinfektionsmittel einzusetzen, die beim Lösen in Wasser aromatische Percarbonsäurelösungen ergeben. Nachteilig ist bei diesen Mitteln der Umgang mit staubenden Pulvern, die nach wie vor geringe Lösungsgeschwindigkeit und die begrenzte Haltbarkeit der ungesetzten Gebrauchslösungen, die wegen der Umsetzung von Carbonsäureester mit dem  $H_2O_2$ -Depot einen verhältnismäßig hohen pH-Wert haben müssen; im übrigen ist bei diesen festen Mischungen das Verhältnis von Wirkstoff zu Ballaststoff unwirtschaftlich.

Die Erfindung hat sich die Aufgabe gestellt eine wäßrige Lösung aromatischer Percarbonsäuren zur Verfügung zu stellen, die die oben erwähnten Nachteile nicht besitzen und insbesondere eine hervorragende Langzeitstabilität besitzen.

Zur Lösung dieser Aufgabe werden wäßrige Lösungen aromatischer Percarbonsäuren vorgeschlagen, die stabilisiert sind mit einmal mindestens der gleichen Menge der den aromatischen Percarbonsäuren entsprechen-

BEST AVAILABLE COPY

den aromatischen Carbonsäuren und zum anderen mit einer einen Überschuß an  $\text{H}_2\text{O}_2$  enthaltenden wäßrigen Perglutar säurelösung und/oder einer 10- bis 60-%igen  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lösung gemäß Hauptanspruch. Weitere bevorzugte Formulierungen und Verwendung dieser aromatischen Percarbonsäurelösungen ergeben sich aus den Unteransprüchen.

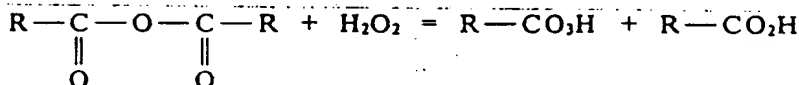
Überraschenderweise hat sich gezeigt, daß derartige wäßrige aromatische Percarbonsäurelösungen klare und geruchsarme Desinfektionsmittel auf Basis von Aktivsauerstoff-Verbindungen mit hoher biozider Wirksamkeit und einem breiten Wirkungsspektrum sind und bakterizid, fungizid, sporizid, virus-inaktivierend, Tb-wirksam sind und in einem sauren und sogar neutralen Medium vorliegen können. Sie lassen sich wirtschaftlich herstellen und stellen keine Sicherheitsprobleme dar und sind wegen ihrer nur aus Sauerstoff, Wasser und organischen Säuren bestehenden Abbauprodukten biologisch abbaubar und ergeben keine Umweltverschmutzung oder Abwasserbelastung.

Die überraschend gute Stabilisierung der aromatischen Percarbonsäuren in wäßriger Lösung wird einmal bewirkt durch die Anwesenheit von mindestens etwa gleichen Teilen der entsprechenden aromatischen Carbonsäure und zum anderen durch die Anwesenheit einer 10- bis 60-%igen  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lösung bzw. einer mit einem Überschuß an  $\text{H}_2\text{O}_2$  stabilisierten wäßrigen Perglutar säurelösung.

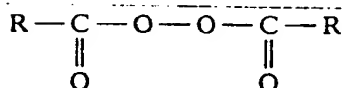
Wäßrige Perglutar säurelösungen mit einem Überschuß an  $\text{H}_2\text{O}_2$  und gegebenenfalls noch einem für  $\text{H}_2\text{O}_2$  bekannten Stabilisierungsmittel sind aus der DE-PS 26 54 164 bekannt. Sie enthalten in der Regel 1 bis 60 Gew.% Perglutar säure, 50 bis 1 Gew.%  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 0 bis 50 Gew.% Glutar säure und 0,01 bis 2 Gew.% eines Stabilisierungsmittel wie Harnstoff oder Pyridin-2,3- und/oder Pyridin-2,6-dicarbonsäure.

Diese wäßrigen stabilisierten Perglutar säurelösungen sind an sich gute Desinfektionsmittel, ergeben jedoch bei der Stabilisierung von aromatischen Percarbonsäuren eine signifikante Verbesserung der bioziden Wirksamkeit und ein insbesondere gegenüber Hefen und Pilzen erheblich verbreitertes Wirkungsspektrum und somit eine synergistische Wirkungssteigerung.

Besonders vorteilhaft ist der Einsatz einer aromatischen Percarbonsäure, die dadurch hergestellt worden ist, daß man das Säureanhydrid der aromatischen Carbonsäure mit einem Überschuß an 10- bis 60%iger  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lösung versetzt, wobei man nach Stehenlassen von bis zu 4 Stunden eine klare Lösung erhält, die die aromatische Percarbonsäure und die entsprechende aromatische Carbonsäure in etwa gleichen Mengenanteilen enthält, wobei die Reaktion nach folgender Gleichung abläuft, in der R ein aromatischer Säurerest ist:



Anstelle des Carbonsäureanhydrids kann auch das entsprechende aromatische Peroxid



(R aromatischer Rest)

verwendet werden, woraus mit  $\text{H}_2\text{O}_2$  aromatische Percarbonsäure und mit  $\text{H}_2\text{O}$  aromatische Carbonsäure entsteht.

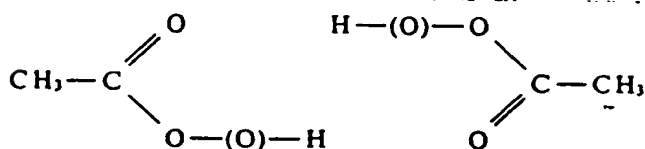
Wenn die Stabilisierung der aromatischen Percarbonsäure nicht nur die entsprechende Carbonsäure und  $\text{H}_2\text{O}_2$  sondern auch durch die Perglutar säurelösung erfolgen soll, wird bei der obigen Umsetzung nicht nur das aromatische Persäureanhydrid sondern auch Glutar säureanhydrid eingesetzt.

Selbstverständlich kann man auch bei der Herstellung der aromatischen Percarbonsäure über das aromatische Carbonsäureanhydrid auch noch weitere aromatische Carbonsäure zusetzen, jedoch ist die Wirkungssteigerung durch Perglutar säure erheblich größer, wobei angenommen wird, daß die Perglutar säurelösung eine lösungsvermittelnde Wirkung auf aromatische Carbonsäureanhydride hat, was zu der überraschenden erhöhten Löslichkeit von Benzoesäureanhydrid bzw. dem Reaktionsprodukt dieses mit  $\text{H}_2\text{O}_2$  führt.

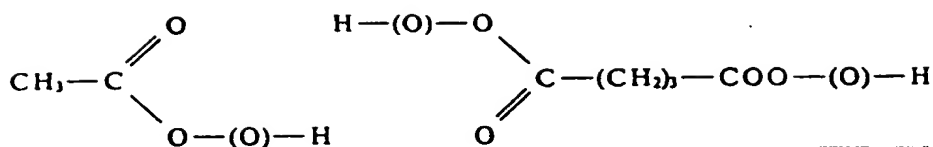
Ferner können gemäß Erfindung noch weitere organische oder anorganische Säuren zugesetzt werden.

Einmal können aromatische Carbonsäuren zugegeben werden, und zwar nicht nur solche des Typs der entsprechenden aromatischen Percarbonsäure. Diese dienen den ebenfalls zur Stabilisierung.

Ferner können durch Zusatz von auch aliphatischen Carbonsäuren die Kältestabilität erhöht bzw. eine Verminderung der Kristallisationstemperatur bei den Formulierungen erzielt werden. Durch Zusatz von geringen Mengen Essigsäure und/oder Peressigsäure sowie Propionsäure und/oder Perpropionsäure wird die Kältestabilität weiter verbessert. Ferner wird durch Zusatz derartiger kurzkettiger aliphatischer Säuren oder Persäuren deren Geruchsaktivität reduziert, was dadurch zu erklären ist, daß flüchtigere Verbindungen der folgenden Formel



durch weniger flüchtige Verbindungen der folgenden Formel ersetzt werden.



Als aromatische Percarbonsäuren bzw. aromatische Carbonsäureanhydride, aus denen durch Reaktion mit  $\text{H}_2\text{O}_2$  aromatische Percarbonsäuren und aromatische Carbonsäuren gebildet werden, werden in erster Linie Benzoessäureanhydrid aber auch substituierte Verbindungen wie 4-Methyl-, 4-tert-Butyl-, 4-Methoxy-, 3-Chlor-, 2-Methyl-, 3-Methyl-, 4-Cyano-, 4-Nitro-, 4-Fluor-, 2,4-Dichlor-, 4-Phenyl-, 4-Methoxycarbonyl-, und 4-Trifluormethyl-benzoessäureanhydrid eingesetzt, die jeweils die entsprechende Benzoessäure und Perbenzoessäure bilden. Ferner können die folgenden Anhydride eingesetzt werden: Phthalsäureanhydrid, die Monoperphthalsäure und Phthalsäure bildet, 2-Naphthoesäureanhydrid die 2-Naphthopersäure und 2-Naphthoesäure bildet, 2-Furancarbonsäureanhydrid, das 2-Furanperoxycarbonsäure und 2-Furancarbonsäure bildet sowie o-Sulfobenzoessäure-cyclo-anhydrid, das 2-Sulfo-perbenzoessäure und 2-Sulfobenzoessäure bildet.

Es können auch gemischte aromatische Carbonsäureanhydride eingesetzt werden, die die folgenden Reaktionsprodukte ergeben.

2-Carboxy-benzoessäure-anhydrid	Benzoessäure +	Perbenzoessäure +
	Phthalsäure	Monoperphthalsäure
4-Sulfo-benzoessäure-anhydrid	Benzoessäure +	Perbenzoessäure +
	4-Sulfo-benzoessäure	4-Sulfo-perbenzoessäure
Essigsäure-benzoessäure-anhydrid	Benzoessäure +	Perbenzoessäure +
	Essigsäure	Peressigsäure
Bernsteinsäure-benzoessäure-anhydrid	Benzoessäure +	Perbenzoessäure +
	Bernsteinsäure	Perbernsteinsäure
Glutarsäure-benzoessäure-anhydrid	Benzoessäure +	Perbenzoessäure +
	Glutarsäure	Perglutarsäure

Benzoessäureanhydrid bzw. Perbenzoessäure wird deswegen bevorzugt, weil die an sich korrodierend auf Metall wirkenden Aktivsauerstoff enthaltenden Lösungen wegen der als Korrosionsinhibitor bekannten Benzoessäure weniger korrodierend wirkt.

Allgemein können als oxidationsstabile, geruchsarme anorganische oder organische Säuren Schwefelsäure, Phosphorsäure, Kaliumhydrogensulfat und Amidosulfonsäure sowie Bernsteinsäure oder Zitronensäure zugesetzt werden. Diese dienen auch als pH-Regulator, als Reinigungskomponente oder als Elektrolyt zur Ermöglichung einer über den Leitwert gesteuerten Dosierung.

Ferner können die erfindungsgemäßen wäßrigen Lösungen der aromatischen Percarbonsäure noch oxidationsstabile biozide Wirkstoffe wie Monperoxyschwefelsäure, Kaliumperoxymonosulfat, Perbernsteinsäure, Peradipinsäure und Permaleinsäure enthalten; ferner können Peressigsäure und Perpropionsäure eingesetzt werden, die bevorzugt werden und in geringer Konzentration eingesetzt werden, um den Geruch des Mittels nicht zu stark zu beeinträchtigen. Als Stabilisatoren für die erfindungsgemäßen aromatischen Percarbonsäurelösungen finden Pyridin-2,6-dicarbonsäure, Pyridin-2,3-dicarbonsäure und Harnstoff Anwendung, ferner t-Butanol und t-Amylalkohol, die auch noch als Lösungsvermittler dienen.

Ferner können die erfindungsgemäßen Lösungen noch Tenside enthalten, und zwar nichtionische Tenside wie Dodecyl-, Nonylphenol-, und Kokosfettsäure-polyglykolether ferner Kokosfettsäuremonoethanolamid, fluoriertes Alkylpolyoxyethylenethanol, Ethylenoxid-propylenoxid-blockpolymere sowie anionische Tenside wie Natriumlaurylsulfat, Dodecylbenzolsulfonsäure auch als Natriumsalz, Natriumalkylpolyglykolethersulfat und -phosphat, Natriumstearat, Kaliumperfluorooctylcarboxylat und Perfluorooctansulfonsäure; als kationische Tenside sind unter anderem Dimethyldidecylammoniumchlorid, Benzyltrimethylfettalkylammoniumsulfat, Dodecyltrimethylammoniumacetat, Polyhexamethylenbiguanidchlorid, Kokospropylenbiguanidiniumacetat und als amphotere Tenside Dodecyl-di-(aminoethyl)-glycin und Laurylamidopropyl-N,N-dimethylaminoessigsäure geeignet.

Ferner können neben Korrosionsinhibitoren wie Toluoltriazol, Benzotriazol und Diethylen-diamin-pentamethylenphosphorsäure noch andere übliche Zusätze wie Parfüm, Farbstoff und pH-Wert regulierende Substanzen zugesetzt werden.

Die erfindungsgemäßen wäßrigen Lösungen von aromatischen Percarbonsäuren können als saure oder neutrale flüssige Desinfektionsmittel beispielsweise für vorgereinigte Flächen oder Flächen mit geringer bis mittlerer Schmutzbelastung, aber auch als Desinfektionsmittel für Haut, Schleimhaut oder Hände eingesetzt werden. Ferner können diese Mittel zur Verbesserung der mikrobiologischen Wasserqualität insbesondere zur Verbesserung der Abwasserqualität und Senkung der CSB- und BSB-Werte, ferner als Bleichmittel, Oxidationsmittel, zur Geruchsverbesserung, als Mittel zur Bekämpfung pflanzenpathogener Keime und Viren, zur Bodenentseuchung, als Hitzeschutz und zur Verringerung des Keimgehaltes der Luft, beispielsweise in Klimaanlage

verwendet werden. Sie sind auch als Zusatz zur Reinigungs- und/oder Desinfektionsmitteln wegen ihrer Erhöhung der mikrobiziden Wirksamkeit oder Verbreiterung des Wirkungsspektrums geeignet. Sie lassen sich auch als Oxidationsmittel bei der Blutnachweisreaktion z. B. mit Guajakharz einsetzen.

Im folgenden soll die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert werden.

#### Beispiel 1

Zur Herstellung einer stabilisierten aromatischen Percarbonsäure wurden 0,2 Gewichtsteile Benzoesäureanhydrid und 0,2 Gewichtsteile Pyridin-2,6-dicarbonsäure als weiterer Stabilisator mit 99,6 Gewichtsteilen einer 35-%igen  $H_2O_2$ -Lösung vermischt und entweder 48 Stunden bei Raumtemperatur oder 5 Stunden bei 40°C gerührt. Es wurde eine klare, farblose, praktisch geruchlose Lösung erhalten. Diese nunmehr Benzoepersäure und Benzoesäure enthaltende aromatische Percarbonsäurelösung wurde durch entsprechende Zusätze zu einem Desinfektions- bzw. Bleich- oder Oxidationsmittel formuliert.

#### Beispiel 2

10 Gewichtsteile Glutarsäureanhydrid und 0,5 Gewichtsteile Benzoesäureanhydrid wurden mit 0,2 Gewichtsteilen Pyridin-2,6-dicarbonsäure mit 35-%iger  $H_2O_2$ -Lösung auf 100 Gewichtsteile aufgefüllt und 24 Stunden bei Raumtemperatur bzw. 4 Stunden bei 40°C gerührt, wobei ebenfalls eine klare, farblose, geruchsarme Lösung erhalten wurde, die als Ausgangslösung für Desinfektionsmittel dient.

#### Vergleichsversuch 1

Es wurden drei 35-%iges  $H_2O_2$  enthaltende Lösungen angesetzt, von denen die eine (A) Benzoesäureanhydrid in einer Menge von 0,5 Gew.% und zum Vergleich eine weitere Lösung 0,5 Gew.% Benzoesäure (B) enthielt. Beide Lösungen A und B enthielten noch 0,2 Gew.% Pyridin-2,6-dicarbonsäure als Stabilisator. Ferner wurde eine 35-%ige  $H_2O_2$ -Lösung nur mit 0,2 Gew.% Pyridin-2,6-dicarbonsäure als Stabilisator angesetzt. Die Lösungen werden nach 48-stündigem Rühren bei Raumtemperatur filtriert.

Die pH-Werte dieser Lösungen lagen bei 3,81 (für A) bei 3,82 (für B) und bei 4,00 für die Lösung C, die nur die mit Pyridin-2,6-dicarbonsäure stabilisierte  $H_2O_2$ -Lösung enthielt.

Der Aktivsauerstoffgehalt wies nach 6 Wochen bei Raumtemperatur keine signifikante Änderung auf, jedoch zeigte die erfindungsgemäße Lösung A mit Benzoesäureanhydrid, aus dem sich Benzoepersäure und Benzoesäure gebildet hatten, ein erheblich besseres Wirkungsspektrum als die nur mit Benzoesäure (Lösung B) oder die nur mit Pyridin-2,6-dicarbonsäure stabilisierte Lösung (C) auf, wie die folgende Tabelle zeigt.

Tabelle I

Suspensionsversuch nach DGHM ohne Serumbelastung und 6 Wochen nach Ansetzen der Lösung

Lösung	Einsatzkonzentration	Staph. aureus	PS. Aeruginosa	Prot. vulgaris	Cand. albicans	Asperg. niger
A	2,00 %	5	5	5	5	15
	1,00 %	5	5	5	5	> 60
	0,50 %	15	30	5	30	> 60
B	2,00 %	> 60	5	5	> 60	> 60
	1,00 %	> 60	5	15	> 60	> 60
	0,50 %	> 60	60	> 60	> 60	> 60
C	2,00 %	> 60	5	30	60	> 60
	1,00 %	> 60	5	> 60	60	> 60
	0,50 %	> 60	60	> 60	> 60	> 60

#### Vergleichsbeispiel 2

Zum Nachweis der ausgezeichneten Stabilität, der besseren Wirksamkeit und des größeren Wirkungsspektrums wurde einmal eine erfindungsgemäße wäßrige Lösung mit einem Gehalt an Perbenzoesäure durch Lösen von Benzoesäureanhydrid in 35-%iger  $H_2O_2$  zusammen mit Glutarsäureanhydrid hergestellt und verglichen mit einer nur durch Zusatz von Glutarsäureanhydrid zu 35-%iger  $H_2O_2$  erhaltenen Perglutarsäurelösung gemäß DE-PS 26 54 164 (Lösung D) und einer solcher mit zusätzlicher Benzoesäure verglichen. Im einzelnen hatten die Versuchslösungen die folgenden Zusammensetzungen

Zusammensetzung	Lösung gemäß Erfindung	Lösung D	Lösung E
Benzoessäureanhydrid	0,5	—	—
Glutarsäureanhydrid	10	10	10
Benzoessäure	—	—	0,5
Pyridin-2,6-dicarbonsäure	0,2	0,2	0,2
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 35-%ig	ad 100	ad 100	ad 100

In der folgenden Tabelle II sind die Werte von Suspensionsversuchen nach DGHM ohne Serumbelastung mit einer Abtötungszeit in Minuten angegeben; die Lösung war 19 Monate bei Raumtemperatur gelagert worden.

Tabelle II

Eingesetzte Lösung	Einsatzkonzentration	Staph. aureus	Cand. albicans
gem. Erfindung	2	5	5
	1	5	5
	0,5	5	5
	0,25	5	5
	0,1	5	5
Lösung D	2	5	15
	1	5	30
	0,5	5	> 60
	0,25	5	> 60
	0,1	5	> 60
Lösung E	2	5	15
	1	5	15
	0,5	5	30
	0,25	5	> 60
	0,1	5	> 60

Die obigen Werte zeigen deutlich, daß mit den erfindungsgemäßen Lösungen von aromatischen Percarbon-säuren bei Candida albicans sehr viel bessere Werte erhalten werden.

Nach 19 Monate Lagerung bei Raumtemperatur wurde auch der H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Gehalt der Lösung bestimmt, wobei sich zeigte, daß die erfindungsgemäße Lösung nach wie vor einen hohen H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Gehalt von 26,0% gegenüber einen Wert von 23,7 bzw. 25,5% bei den Lösungen D und E aufwies.

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)